

(12) SOLICITUD INTERNACIONAL PUBLICADA EN VIRTUD DEL TRATADO DE COOPERACIÓN
EN MATERIA DE PATENTES (PCT)

(19) Organización Mundial de la Propiedad
Intelectual
Oficina internacional



(43) Fecha de publicación internacional
31 de Marzo de 2005 (31.03.2005)

PCT

(10) Número de Publicación Internacional
WO 2005/028412 A1

- (51) Clasificación Internacional de Patentes⁷: **C07C 66/02**
- (21) Número de la solicitud internacional:
PCT/MX2004/000058
- (22) Fecha de presentación internacional:
6 de Agosto de 2004 (06.08.2004)
- (25) Idioma de presentación:
español
- (26) Idioma de publicación:
español
- (30) Datos relativos a la prioridad:
PA/a/2003/008622
23 de Septiembre de 2003 (23.09.2003) MX
- (71) Solicitante (*para todos los Estados designados salvo US*): **INTERQUIM, S.A. DE C.V. [MX/MX]**; Antonio Lavoisier #22, Fraccionamiento Industrial Cuamantla, Cuautitlán, Iztacalco, C.P. 54730, Estado de México (MX).
- (72) Inventor; e
- (75) Inventor/Solicitante (*para US solamente*): **CASAZZA FANCHINI, Umberto, Bruno [IT/MX]**; Calle Roma
- (74) Mandatarios: **GARCÍA LADRÓN DE GUEVARA, Miguel, Angel etc.**; Montecito 38, Piso 10, Oficinas 7, 29 y 30, Col. N. ápoles, C.P. 03810, México, D.F. (MX).
- (81) Estados designados (*a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección nacional admisible*): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) Estados designados (*a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección regional admisible*): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), euroasiática (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europea (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

[Continúa en la página siguiente]

(54) Title: METHOD FOR THE PURIFICATION OF CRUDE DIACEREIN BY MEANS OF TOLUENE

(54) Título: MÉTODO DE PURIFICACIÓN DE DIACEREINA CRUDA POR LA VÍA DEL TOLUENO

(57) Abstract: The invention relates to a method for the purification of crude diacerein by means of toluene. The inventive method consists in dissolving the crude diacerein in acetone/water (1:1) using approximately 13 volumes of mixture in relation to the diacerein. The pH is adjusted to between 6.6 and 7.2 and, preferably, to between 7 and 7.2, with a tertiary amine in acetone, whereby any trialkylamine with C1-4 alkyl groups can be used as the tertiary amine, preferably the trimethylamine, triethylamine, tripropylamine, methyldiethylamine, diethylpropylamine group and, more preferably, trimethylamine. The aforementioned mixture is stirred until the diacerein has dissolved completely. A water-immiscible organic solvent is subsequently added and the mixture is stirred. According to the invention, between 5 and fifteen continuous extractions are made with the water-immiscible organic solvent and the organic phase is separated each time. The diacerein crystallises in the acetone/water phase when the neutral pH is changed to acid pH with a strong mineral acid which is selected from chlorhydric, sulphuric and phosphoric acid. The crystallised product is centrifuged or filtered, washed with water and dried. The aforementioned method can be used to obtain diacerein with a yield of between 90 and 93 %, average purity of 99.17 %, an aloe-emodin content of between 7 and 10 ppm and a chromium content of between 20 and 25 ppm.

(57) Resumen: Un método de purificación de diacereina cruda por la vía del tolueno que consiste en disolver la diacereina cruda en acetona/agua 1:1 en aproximadamente 13 volúmenes de mezcla respecto a la diacereina, se ajusta el pH entre 6.6 y 7.2, preferentemente de 7.0 a 7.2 con una amina terciaria en acetona, como amina terciaria se puede emplear alguna trialquilamina con grupos alquilo de C1-4, preferentemente del grupo trimetilamina, trietilamina, tripropilamina, metildietilamina, dietilpropilamina, de las cuales se prefiere trietilamina, se mantiene en agitación hasta disolución total de la diacereina, se agrega un disolvente orgánico inmiscible en agua y se agita, se realizan entre 5 y alrededor de 15 extracciones continuas con el disolvente orgánico y en cada una se separa la fase orgánica; la diacereina se cristaliza en la fase acetona/agua al cambiar el pH de neutro a ácido con un ácido mineral fuerte seleccionado entre clorhídrico, sulfúrico y fosfórico, el producto cristalizado se centrifuga o se filtra, se lava con agua y se seca. Por este método se obtiene diacereina con rendimiento de 90-93%, pureza promedio de 99.17%, un contenido de aloe-emodina de 7-10 ppm y un contenido de cromo entre 20 y 25 ppm.

WO 2005/028412 A1



Publicada:

— *con informe de búsqueda internacional*

Para códigos de dos letras y otras abreviaturas, véase la sección "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" que aparece al principio de cada número regular de la Gaceta del PCT.